**DOSAGE DU NICKEL
PAR SPECTROMÉTRIE D'ABSORPTION ATOMIQUE
(Oeno 18/2003)**

1. PRINCIPE

Le nickel est dosé directement par spectrométrie d'absorption atomique sans flamme (atomisation électro-thermique).

2. APPAREILLAGE**2.1 Paramètres instrumentaux** : (donnés à titre d'exemple)

Spectrophotomètre d'absorption atomique équipé d'un atomiseur à tube de graphite.

longueur d'onde : 232,0 nm

lampe à cathode creuse (nickel)

largeur de la fente : 0,2 nm

intensité de la lampe : 4 mA

correction du fond continu par effet Zeeman

introduction à chaud des échantillons dans le four-graphite avec un distributeur automatique

l'eau de rinçage contient 2 gouttes de Triton par litre.

mesure du signal : en hauteur de pic.

durée de la mesure : 1 seconde.

Tube de graphite pyrolytique :

four en graphite pyrolytique contenant une plateforme de L'Vov tantalisée.

tantalisation d'une plateforme : voir ci-dessus.

gaz inertes : argon et mélange argon + hydrogène (95% : 5%).

paramètres du four :

Paramètres du four pour le dosage du nickel

étape n°	température (°C)	durée (s)	débit du gaz (l/mn)	type de gaz	lecture du signal
1	85	5,0	3,0	argon	non
2	95	40,0	3,0	argon	non
3	120	10,0	3,0	argon	non
4	800	5,0	3,0	argon	non
5	800	1,0	3,0	argon	non
6	800	2,0	0	argon	non
7	2 400	1,1	0	argon + hydrogène	oui
8	2 400	2,0	0	argon + hydrogène	oui
9	2 400	2,0	3,0	argon	non
10	75	11,0	3,0	argon	non

2.2 Réglage de l'échantillonneur automatique (donnés à titre d'exemple)

- Paramètres de l'échantillonneur automatique

	volume injecté en µl		
	solution de Ni à 50 µg/l	blanc	modificateur de matrice
blanc		17	3
étalon 1	5	12	3
étalon 2	10	7	3
étalon 3	15	2	3
échantillon	5	12	3

3. REACTIFS

3.1 Eau déminéralisée pure pour analyse

3.2 Acide nitrique pur pour analyse à 65 %

3.3 Chlorure de palladium anhydre (59 % en Pd)

3.4 Nitrate de magnésium hexahydraté pur pour analyse.

3.5 Dihydrogénophosphate d'ammonium

3.6 Modificateur de matrice : mélange de chlorure de palladium et de nitrate de magnésium (dissoudre 0,25 g de PdCl₂ et 0,1 g de Mg(NO₃)₂·6H₂O (3.4)

dans 50 ml d'eau déminéralisée) ou dihydrogénophosphate d'ammonium à 6% (dissoudre 3 g de $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$ dans 50 ml d'eau déminéralisée). (3.1).

3.7 Acide L-ascorbique.

3.8 Blanc analytique : solution d'acide L-ascorbique à 1 % (m/v).

3.9 Solution-mère de nickel à 1 g/l (1000 $\mu\text{g/ml}$) du commerce ou préparée de la manière suivante : dissoudre 4,9533 de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ dans une solution de HNO_3 0,5 M, ajuster à 1 l avec HNO_3 0,5 M.

4. MODE OPERATOIRE

Solution de nickel à 10 mg/l : placer 1 ml de la solution-mère (3.8) dans une fiole jaugée de 100 ml, ajouter 5 ml d'acide nitrique (3.2); compléter au volume avec de l'eau déminéralisée .

Solution de nickel à 50 $\mu\text{g/l}$: placer 1 ml de la solution de nickel à 10 mg/l dans une fiole jaugée de 200 ml, 10 ml d'acide nitrique (3.2) et compléter avec de l'eau déminéralisée.

Gamme d'étalonnage : 0, 50, 100 et 150 $\mu\text{g/l}$ de nickel.

Le cycle du distributeur automatique permet de réaliser cet étalonnage sur la plate-forme à partir de la solution de nickel à 50 $\mu\text{g/l}$.

5. PREPARATION DES ECHANTILLONS

5.1. Cas des échantillons liquides ou en solution

Aucune préparation ou dilution de l'échantillon n'est nécessaire ; les échantillons sont placés directement dans les godets de l'injecteur automatique.

5.2. Cas des échantillons solides

Les échantillons solides sont minéralisés par voie sèche.

6. DETERMINATIONS

Le graphe d'étalonnage (absorbance en fonction de la concentration en nickel) donne la concentration en nickel des échantillons.